

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 07-292350  
 (43)Date of publication of application : 07.11.1995

---

(51)Int.Cl.	C09K 3/14
	B24B 1/00
	B24B 27/06
	B24D 3/00
	C08F 2/00
	C09C 3/10

---

(21)Application number : 06-109208	(71)Applicant : IDEMITSU KOSAN CO LTD
(22)Date of filing : 26.04.1994	(72)Inventor : KOTO TAKEKI HASHIMOTO KENJI HAMADA YASUSHI ISONAKA TERUKI

---

**(54) GRAIN COATED WITH POLYOLEFIN RESIN FOR CUTTING OR POLISHING,  
METHOD FOR CUTTING OR POLISHING USING THE SAME ABRASIVE GRAIN AND  
CUTTING OR POLISHING LIQUID USING THE SAME ABRASIVE GRAIN**

**(57)Abstract:**

**PURPOSE:** To obtain the subject abrasive grain, reduced in refloating properties without firmly aggregating and useful in the field of precise working or electronic parts, etc., by polymerizing an olefin on the surface of the abrasive grains using a solubilized catalyst and then coating the surfaces of the abrasive grains with the resultant polyolefin.

**CONSTITUTION:** The abrasive grains are obtained by polymerizing an olefin on the surfaces of abrasive grains using a solubilized catalyst and then coating the surfaces of the abrasive grains with the resultant polyolefin having about 5  $\mu$ m thickness at about 0.5-70wt.% coating ratio. The weight-average molecular weight of the polyolefin is about 10000-2000000. When the abrasive grains are used for wire saw or blade saw working devices, the wire or blade is hardly worn.

---

**LEGAL STATUS**

[Date of request for examination] 18.02.2000

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Partial English Translation of JP07292350APage(2), left column, lines 1 to 10

## Scope of Claims for patent

## [Claim 1]

Abrasive grains coated by an olefin resin for cutting or grinding obtained by coating the olefin resin on the surfaces of abrasive grains by polymerizing an olefin using a solubilize catalyst.

## [Claim 2]

A cutting or grinding method using abrasive grains coated with the olefin resin on the surfaces of abrasive grains by polymerizing an olefin using a solubilize catalyst.

## [Claim 3]

A cutting or grinding liquid composed of the abrasive grains containing the abrasive grains coated by an olefin resin for cutting or grinding of claim 1 and a mineral oil.

Page(3), right column, line 17 to page (4), left column, line 17

## [0018]

## [EXAMPLE]

Next, the invention will be explained in detail.

Preparation example 1 (preparation of polyethylene-resin coated abrasive grains for cutting or grinding

(1) Preparation of solubilized catalyst component containing titanium

To a flask of n inner volume of 500 ml replaced with argon, 150ml of dehydrated n-hexane and 10.0g (17 millimol) of magnesium stearate and 0.33g (1.7 millimol) of titanium tetrachloride were charged at room temperature, subsequently heating, and reacting for 2 hours under solvent refluxing to obtain a solution of semi-transparent titanium-containing

soluble catalyst component having an viscosity.

(2) Activity evaluation of titanium-containing soluble catalyst component

To an autoclave of an inner volume of 1-litre replaced with argon, 400ml of dehydrated n-hexane and 0.5 millimol of triethylaluminum, 0.5 millimol of diethylaluminummonochloride and 0.005millimoles of the titanium-containing soluble catalyst component obtained in (1) above and collected were fed. Next, the temperature was elevated to 90°C, hydrogen was supplied to increase the pressure to 4 kgG/cm<sup>2</sup>, thereafter ethylene was continuously fed as to keep the total pressure at 9 kgG/cm<sup>2</sup> and polymerization was carried out for one hour. Obtained polyethylene was 58g and the polymerization activity was 242kg/g.Ti.hr.

[0019] (3) Contact treatment of titanium-containing soluble catalyst component with carbon nitride

To an autoclave of an inner volume of 1-litre replaced with argon, 700ml of dehydrated n-hexane and 500g of carbon nitride(G.C#800, average diameter 20μm, manufactured by Showa Denko, Limited) as abrasive grains were fed, 2 millimol of diethylaluminum monochloride(DEAC) was added dropwise under stirring, after kept for 1 hour at 40minutes(°C ?), 0.02 millimol(as a titanium atom) of the titanium-containing soluble catalyst component obtained in (1) above was added thereto and a contact was carried out 1 hour at 40°C to obtain a contact treated product of the titanium-containing soluble catalyst component with silicon carbide.

[0020] (4) The polymerization of ethylene (production of abrasive grains coated with a polyethylene-resin)

After the contact treatment in the above (3), the temperature was elevated to 90°C. Thereafter, after 2 millimol of triethylaluminum(TEA) was added, then hydrogen of 0.5kgG/cm<sup>2</sup> was fed, ethylene was continuously supplied so that total pressure might be maintained to 3.5kgG/cm<sup>2</sup> (the total pressure at this time was adjusted so that an ethylene partial pressure might be set to 1kgG/cm<sup>2</sup>) to perform polymerization for 3

minutes. The obtained polyethylene resin-coated silicon carbide substance (polyethylene-resin-coated abrasive grains) was 505g, and the polyethylene coating amount was 1% by weight. As a result of observing the dry powder with an electron microscope, polyethylene covered the grains of silicon carbide uniformly. Moreover, the weight average molecular weight of polyethylene was 90000 by GPC analysis. Results are shown in table 1. In addition, the covering amount of polyethylene was calculated from the fed amount of silicon carbide and yield.

Page(5)

Table 1

Number	Abrasive grains Kind	Amount(g)	DEAC (mmol)	Titanium Amount (mmol)	TEA (mmol)	Polymn. Pressure (°C)
Preparation Example 1	G.C #800	500	2	0.02	2	1/0.5
Preparation Example 2	G.C #800	500	2	0.02	2	1/0.5
Preparation Example 3	G.C #800	500	2	0.02	2	1/0
Preparation Example 4	G.C #800	500	2	0.02	2	1/0
Preparation Example 5	G.C #4000	500	2	0.02	2	1/0.5
Preparation Example 6	G.C #4000	500	2	0.02	2	1/0.5

To be continued

Continued  
Table 1

Number	Polymerization Temp. (°C)	Polymerization time (min.)	Yield (g)	Polyethylene coating amount (% by weight)	Average molecular weight of polyethylene
Preparation Example 1	90	3	505	1	90000
Preparation Example 2	90	15	526	5	-
Preparation Example 3	40	3	505	1	105000
Preparation Example 4	40	17	527	5	-
Preparation Example 5	90	3	505	1	-
Preparation Example 6	90	16	526	5	-

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平7-292350

(43)公開日 平成7年(1995)11月7日

(51)Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	序内整理番号	F I	技術表示箇所
C 09 K 3/14	550	C		
B 24 B 1/00		A		
	27/06	D		
B 24 D 3/00	330	D		
C 08 F 2/00	MCT			

審査請求 未請求 請求項の数3 FD (全7頁) 最終頁に続く

(21)出願番号	特願平6-109208	(71)出願人	000183646 出光興産株式会社 東京都千代田区丸の内3丁目1番1号
(22)出願日	平成6年(1994)4月26日	(72)発明者	小藤 武樹 東京都千代田区丸の内三丁目1番1号 出光興産株式会社内
		(72)発明者	橋本 審次 東京都千代田区丸の内三丁目1番1号 出光興産株式会社内
		(72)発明者	濱田 安司 東京都千代田区丸の内三丁目1番1号 出光興産株式会社内
		(74)代理人	弁理士 久保田 藤郎 (外1名) 最終頁に続く

(54)【発明の名称】 切削用又は研磨用ポリオレフィン樹脂被覆砥粒、該砥粒を用いた切削・研磨方法、及び該砥粒を用いた切削・研磨液

(57)【要約】

【構成】 (1) 砥粒表面に、可溶化触媒を用いてオレフィンを重合により被覆させてなる切削用又は研磨用ポリオレフィン樹脂被覆砥粒、(2) 前記砥粒を用いた切削・研磨方法、及び(3) 前記(1)の砥粒を含む砥粒と、鉛油とからなる切削・研磨液。

【効果】 本発明の切削用又は研磨用ポリオレフィン樹脂被覆砥粒は、これを切削・研磨液として使用したときに、強固な凝集が防止されており、再浮上性が良好なものである。しかも、本発明の切削用又は研磨用ポリオレフィン樹脂被覆砥粒によれば、これをワイヤー加工装置等において使用したときに、ワイヤーやブレードの消耗を少なくすることができる。従って、本発明の切削用又は研磨用ポリオレフィン樹脂被覆砥粒は、精密加工、電子部品(水晶振動子、フィルター等)等の分野において有効に利用することができる。

(2)

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 砥粒表面に、可溶化触媒を用いてオレフィンを重合により被覆させてなる切削用又は研磨用ポリオレフィン樹脂被覆砥粒。

【請求項2】 砥粒表面に、可溶化触媒を用いてオレフィンを重合により被覆させてなるポリオレフィン樹脂被覆砥粒を用いた切削・研磨方法。

【請求項3】 請求項1記載の切削用又は研磨用ポリオレフィン樹脂被覆砥粒を含む砥粒と、鉛油とからなる切削・研磨液。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、強固な凝集が防止されており、再浮上性が良好であって、さらにワイヤーソー加工装置やブレードソー加工装置において砥粒として用いたときにワイヤーやブレードの消耗が少なく、精密加工、電子部品（水晶振動子、フィルター等）等の分野において有用な切削用又は研磨用ポリオレフィン樹脂被覆砥粒、該砥粒を用いた切削・研磨方法、及び該砥粒を用いた切削・研磨液に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 水晶発振器の製造工程では、ブレードソー、ワイヤーソー等を用いた水晶の切断加工（切削や研磨）が行なわれている。この切断加工時には数百～数千メッシュの砥粒を分散させた切断油（切削油）が使用されている。また、 $\text{LiTaO}_3$ 、 $\text{LiNbO}_3$ 、 $\text{Si}$ 等の単結晶もワイヤーソーで遊離砥粒によりスライスされ、ウエハを得、弹性表面液デバイスの基板等として使用されている。

【0003】 ところが、従来の切断油（切削油）は、分散媒と砥粒との密度差が大きいために、砥粒が沈降しやすく、また加工終了後の静置によって砥粒が凝集し、再度分散状態を形成するのが困難であるという問題があった。特に切削効率が良い低粘度の鉛油を用いる場合、より一層問題は深刻である。また、ワイヤーソーではワイヤー径が細いと、スライス時間が長く、ワイヤーの断線が起こるという問題があった。

【0004】 そこで分散性を改善するこめに、界面活性剤を使用することが考えられるが、この場合には寧ろ沈降層が固くなり、再分散が困難であるという問題がある。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】 本発明は、上記従来の問題点を解消し、砥粒表面をポリオレフィンで被覆することによって、強固な凝集が防止されており、かつ再浮上性の改善された切削用又は研磨用ポリオレフィン樹脂被覆砥粒と、該砥粒を用いた切削・研磨方法、及び該砥粒を用いた切削・研磨液を提供することを目的とするものである。さらに本発明は、ワイヤーソー加工装置やブレードソー加工装置において砥粒として用いたときにワ

イヤーやブレードの消耗の少ない切削用又は研磨用ポリオレフィン樹脂被覆砥粒と、該砥粒を用いた切削・研磨方法、及び該砥粒を用いた切削・研磨液を提供することを目的とするものである。

## 【0006】

【課題を解決するための手段】 すなわち本発明は第1に、砥粒表面に、可溶化触媒を用いてオレフィンを重合により被覆させてなる切削用又は研磨用ポリオレフィン樹脂被覆砥粒を提供するものである。

【0007】 次に、本発明は第2に、砥粒表面に、可溶化触媒を用いてオレフィンを重合により被覆させてなるポリオレフィン樹脂被覆砥粒を用いた切削・研磨方法を提供するものである。

【0008】 さらに、本発明は第3に、上記本発明の第1の切削用又は研磨用ポリオレフィン樹脂被覆砥粒を含む砥粒と、鉛油とからなる切削・研磨液を提供するものである。

【0009】 本発明の第1の切削用又は研磨用ポリオレフィン樹脂被覆砥粒は、砥粒表面に、可溶化触媒を用いてオレフィンを重合により被覆させてなるものである。ここで切削用又は研磨用のポリオレフィン樹脂被覆砥粒におけるポリオレフィン樹脂被覆の厚さは、特に制限はないが、通常、 $5\text{ }\mu\text{m}$ 以下とすることが好ましい。なお、本発明においては、ポリオレフィン樹脂が砥粒の全面を覆っている必要はない。寧ろ、表面の被覆率が高くなり過ぎると、再分散性は良くなるものの、切削効果が低下する。逆に、表面の被覆率が低過ぎると、切削効果は高いものの、再分散性が悪化する。従って、表面の被覆率は、通常、0.5～70重量%、好ましくは1～50重量%とする。

【0010】 なお、ポリオレフィン樹脂としては、例えば高密度ポリエチレン、中密度ポリエチレン、低密度ポリエチレン（直鎖状低密度ポリエチレンを含む）のようなポリエチレン、プロピレンホモポリマーやコポリマー（ブロックコポリマー、ランダムコポリマー）のようなポリプロピレン等を挙げることができ、特にポリエチレンが好ましい。ポリオレフィン樹脂の重量平均分子量は、通常、1万～200万、好ましくは3万～100万である。

【0011】 本発明の第1の切削用又は研磨用のポリオレフィン樹脂被覆砥粒は、砥粒表面に、可溶化触媒を用いてオレフィンを重合により被覆させてなるものである。ここで砥粒としては、炭化ケイ素（ $\text{SiC}$ ）、炭化タングステン（ $\text{WC}$ ）、炭化チタン（ $\text{TiC}$ ）、炭化クロム（ $\text{Cr}_3\text{Cr}_2$ ）等のような炭化物であると、窒化ケイ素（ $\text{Si}_3\text{N}_4$ ）、窒化チタン（ $\text{TiN}$ ）等のような窒化物であると、或いはアルミナなどのような酸化物であるとを問わず、目的に応じて適宜選定することができる。なお、砥粒としては、通常、G. C #が800～4000の範囲のものが用いられる。すなわち、平均粒

(3)

子径（直径）が5～20μmのものが好適に用いられる。

【0012】本発明の第2は、上記の如き本発明の第1のポリオレフィン樹脂被覆砥粒（すなわち、砥粒表面に、可溶化触媒を用いてオレフィンを重合により被覆させてなるポリオレフィン樹脂被覆砥粒）を用いて切削又は研磨を行なう方法である。このような方法によれば、用いる砥粒が強固な凝集が防止されており、再浮上性が良好であるため、切削又は研磨を良好に行なうことができ、ワイヤーソー加工装置やブレードソー加工装置におけるワイヤーやブレードの消耗を少なくすることができる。

【0013】本発明の第1の切削用又は研磨用のポリオレフィン樹脂被覆砥粒は、前記した如き砥粒表面に、可溶化触媒を用いてオレフィンを重合により被覆させてなるものであるが、被覆の方法や可溶化触媒の種類等については、例えば特開昭60-106808号公報や特開昭60-252607号公報に記載された方法を利用して行なうことができる。つまり、ポリオレフィン樹脂の被覆は、砥粒をフィラーとして、これに触媒処理を行なった後、重合を行なう、フィラーエントリポリオレフィンの重合技術を応用すればよい。

【0014】本発明の第3は、このようにして得られる切削用又は研磨用のポリオレフィン樹脂被覆砥粒を含む砥粒と、鉛油とからなる切削・研磨液を提供するものである。本発明の第3において用いる砥粒としては、前記本発明の第1の切削用又は研磨用のポリオレフィン樹脂被覆砥粒を含むものであればあればよく、前記本発明の第1の切削用又は研磨用のポリオレフィン樹脂被覆砥粒のみだけでなく、該砥粒と未処理の砥粒とを混合したものであってもよい。未処理の砥粒との混合物を用いる場合、本発明の第1の切削用又は研磨用のポリオレフィン樹脂被覆砥粒を5重量%以上、特に20重量%以上含むものを用いることが好ましい。本発明の第1の切削用又は研磨用のポリオレフィン樹脂被覆砥粒の混合割合が5重量%未満である場合には、再浮上性が不充分となる。

【0015】ここで鉛油は分散媒として機能するものであり、上記した如き切削用又は研磨用のポリオレフィン樹脂被覆砥粒を分散させ得るものであれば特に制限はない。鉛油としては通常は、40℃の温度における動粘度が0.2～5.0センチストークス(cSt)、好ましくは0.5～4.0cStのものが用いられる。ここで40℃の温度における動粘度が0.2cSt未満のものであると、オイルミストが発生しやすくなり、作業環境の悪化を招いたり、砥粒の沈降が早く、研削性不良等の問題がある。一方、40℃の温度における動粘度が5.0cStを超えたものであると、粘性抵抗が大きく、研削効率の低下の原因となる。このような鉛油として具体的には、灯油、潤滑油留分、ノルマルパラフィン、電気絶縁油留分等を挙げることができ、これらの1種又は2種以

上を用いることができる。

【0016】本発明の第3において用いる砥粒の切削・研磨液中の配合割合は、通常、20～60重量%である。ポリオレフィン樹脂被覆砥粒（全砥粒中のポリオレフィン樹脂被覆砥粒）の配合割合としては、1～60重量%の割合が好ましい。ポリオレフィン樹脂被覆砥粒の配合割合が1重量%未満であると、再浮上性が不充分となり、一方、ポリオレフィン樹脂被覆砥粒の配合割合が60重量%を超えると、切削・研削液の分散が困難になる。このようにして得られる液（油）は、切削液や研磨液として有効に使用することができる。

【0017】本発明の第3の切削・研磨液は、上記した如く、基本的には切削用又は研磨用のポリオレフィン樹脂被覆砥粒と鉛油とからなるものであるが、必要に応じて、本発明の目的を損なわない範囲内において、界面活性剤等を添加することもできる。

【0018】

【実施例】次に、本発明を実施例により詳しく説明する。

製造例1（切削用又は研磨用のポリエチレン樹脂被覆砥粒の製造）

（1）チタン含有可溶系触媒成分の調製

アルゴン置換した内容積500mlのフラスコに、室温にて脱水n-ヘキサン150mlと、ステアリン酸マグネシウム10.0g（17ミリモル）及び四塩化チタン0.33g（1.7ミリモル）を入れ、次いで昇温し、溶媒還流下に2時間反応し、粘性を有する半透明状チタン含有可溶系触媒成分の溶液を得た。

（2）チタン含有可溶系触媒成分の活性評価

アルゴン置換した内容積1リットルのオートクレーブに、脱水n-ヘキサンを400ml、トリエチルアルミニウム0.5ミリモル、ジエチルアルミニウムモノクロリド0.5ミリモル、及び上記（1）で得られたチタン含有可溶系触媒成分をチタン原子として0.005ミリモル採取して供給した。次に、90℃に昇温し、水素を供給して4kg/cm<sup>2</sup>・Gに昇圧し、その後、全圧が9kg/cm<sup>2</sup>・Gに維持できるようエチレンを連続的に供給し、1時間重合を行なった。得られたポリエチレンは5.8gであり、重合活性は24.2kg/g・Ti・hrであった。

【0019】（3）チタン含有可溶系触媒成分と炭化ケイ素との接触処理

アルゴン置換した内容積1リットルのオートクレーブに、室温にて脱水n-ヘキサン700ml、及び砥粒として炭化ケイ素（G.C#800、平均粒径20μm、昭和電工製）500gを入れ、攪拌下でジエチルアルミニウムモノクロリド（DEAC）2ミリモルを滴下し、40分間で1時間、次いで上記（1）で得られたチタン含有可溶系触媒成分を、チタン原子として0.02ミリモル添加し、40℃にて1時間接触を行ない、チタン含

(4)

有可溶系触媒成分と炭化ケイ素との接触処理物を得た。  
 【0020】(4) エチレンの重合(ポリエチレン樹脂被覆砥粒の製造)

上記(3)の接触処理後、90℃に昇温した。その後、トリエチルアルミニウム(TEA)を2ミリモル添加し、次いで水素を0.5 kg/cm<sup>2</sup>·Gで供給した後、全圧を3.5 kg/cm<sup>2</sup>·Gに維持(このときの全圧は、エチレン分圧が1 kg/cm<sup>2</sup>·Gになるように調整した。)するようエチレンを連続的に供給し、3分間重合を行なった。得られたポリエチレン系樹脂被覆炭化ケイ素物質(ポリエチレン樹脂被覆砥粒)は505gであり、ポリエチレン被覆量は1重量%であった。乾燥した粉末を電子顕微鏡で観察した結果、炭化ケイ素の粒子をポリエチレンが均一に被覆していた。また、GPC分析により、ポリエチレンの重量平均分子量は90000であった。結果を第1表に示す。なお、ポリエチレン被覆量は、炭化ケイ素仕込量と収量より算出した。

#### 【0021】製造例2

製造例1において、製造例1(4)における重合時間を3分間から15分間に変えたこと以外は、製造例1と同様にして行なった。得られたポリエチレン系樹脂被覆炭化ケイ素物質(ポリエチレン樹脂被覆砥粒)は526gであり、ポリエチレン被覆量は5重量%であった。乾燥した粉末を電子顕微鏡で観察した結果、炭化ケイ素の粒子をポリエチレンが均一に被覆していた。結果を第1表に示す。

#### 【0022】製造例3

製造例1において、製造例1(4)における重合温度を90℃から40℃に変え、かつ水素を添加しなかったこと以外は、製造例1と同様にして行なった。得られたポリエチレン系樹脂被覆炭化ケイ素物質(ポリエチレン樹脂被覆砥粒)は505gであり、ポリエチレン被覆量は1重量%であった。乾燥した粉末を電子顕微鏡で観察した結果、炭化ケイ素の粒子をポリエチレンが均一に被覆していた。また、GPC分析により、ポリエチレンの重

量平均分子量は105000であった。結果を第1表に示す。

#### 【0023】製造例4

製造例1において、製造例1(4)における重合温度を90℃から40℃に変え、水素を添加せず、かつ重合時間を3分間から17分間に変えたこと以外は、製造例1と同様にして行なった。得られたポリエチレン系樹脂被覆炭化ケイ素物質(ポリエチレン樹脂被覆砥粒)は527gであり、ポリエチレン被覆量は5重量%であった。乾燥した粉末を電子顕微鏡で観察した結果、炭化ケイ素の粒子をポリエチレンが均一に被覆していた。結果を第1表に示す。

#### 【0024】製造例5

製造例1において、製造例1(3)における砥粒として、炭化ケイ素(G.C#4000、平均粒径5μm、昭和電工製)を用いたこと以外は、製造例1と同様にして行なった。得られたポリエチレン系樹脂被覆炭化ケイ素物質(ポリエチレン樹脂被覆砥粒)は505gであり、ポリエチレン被覆量は1重量%であった。乾燥した粉末を電子顕微鏡で観察した結果、炭化ケイ素の粒子をポリエチレンが均一に被覆していた。結果を第1表に示す。

#### 【0025】製造例6

製造例1において、製造例1(3)における砥粒として、炭化ケイ素(G.C#4000、平均粒径5μm、昭和電工製)を用い、かつ製造例1(4)における重合時間を3分間から16分間に変えたこと以外は、製造例1と同様にして行なった。得られたポリエチレン系樹脂被覆炭化ケイ素物質(ポリエチレン樹脂被覆砥粒)は526gであり、ポリエチレン被覆量は5重量%であった。乾燥した粉末を電子顕微鏡で観察した結果、炭化ケイ素の粒子をポリエチレンが均一に被覆していた。結果を第1表に示す。

#### 【0026】

【表1】

(5)

第1表

番号	砥粒		DEAC (ミリ モル)	チタン 量 (ミリ モル)	TEA (ミリ モル)	重合 圧力 C <sub>1</sub> /H <sub>2</sub> Kg/cm <sup>2</sup>	重合 温度 (°C)	重合 時間 (分)	収量 (g)	ポリエチレン 被覆量 (重量%)	ポリエチレン の重量 平均分子量
	種類	量 (g)									
製造例1	G.C #800	500	2	0.02	2	1/0.5	90	3	505	1	90000
製造例2	G.C #800	500	2	0.02	2	1/0.5	90	15	526	5	—
製造例3	G.C #800	500	2	0.02	2	1/0	40	3	505	1	105000
製造例4	G.C #800	500	2	0.02	2	1/0	40	17	527	5	—
製造例5	G.C #4000	500	2	0.02	2	1/0.5	90	3	505	1	—
製造例6	G.C #4000	500	2	0.02	2	1/0.5	90	16	526	5	—

## 【0027】実施例1

分散媒（出光ダフニーカットUP2S、動粘度2.44cSt(40°C)）に、製造例1で得られたポリエチレン樹脂被覆砥粒を30重量%の割合で混合して、切削・研磨液を得た。得られた切削・研磨液について、分散性と沈降後の再浮上のしやすさを評価した。また、パウデン試験により、摩擦係数と水晶ランパートの摩耗痕を調べ、相対摩耗により評価した。結果を第2表に示す。

## 【0028】実施例2～6

製造例2～6で得られたポリエチレン樹脂被覆砥粒を用いたこと以外は、実施例1と同様にして切削・研磨液を得、得られた切削・研磨液について、分散性と沈降後の再浮上のしやすさを評価し、またパウデン試験により、摩擦係数と水晶ランパートの摩耗痕を調べ、相対摩耗により評価した（それぞれ実施例2～6に対応）。結果を第2表に示す。

## 【0029】比較例1

分散媒（出光ダフニーカットUP2S、動粘度2.44cSt(40°C)）に、

砥粒として、処理を施していない炭化ケイ素（G.C #800、平均粒径20μm、昭和電工製）を用いたこと以外は、実施例1と同様にして切削・研磨液を得、得られた切削・研磨液について、分散性と沈降後の再浮上のしやすさを評価し、またパウデン試験により、摩擦係数と水晶ランパートの摩耗痕を調べ、相対摩耗により評価した。結果を第2表に示す。

## 【0030】比較例2

分散媒（出光ダフニーカットUP2S、動粘度2.44cSt(40°C)）に、砥粒として、処理を施していない炭化ケイ素（G.C #4000、平均粒径5μm、昭和電工製）を用いたこと以外は、実施例1と同様にして切削・研磨液を得、得られた切削・研磨液について、分散性と沈降後の再浮上のしやすさを評価し、またパウデン試験により、摩擦係数と水晶ランパートの摩耗痕を調べ、相対摩耗により評価した。結果を第2表に示す。

## 【0031】

## 【表2】

第2表

番号	使用した砥粒	PE 被覆量 (wt%)	再浮 上性 *1	摩擦 係数	相対摩耗 *2
実施例1	製造例1	1	○	0.320	基準Aよりやや大
実施例2	製造例2	5	○	0.373	基準Aより大
実施例3	製造例3	1	○	0.24	基準Aと同等
実施例4	製造例4	5	○	0.27	基準Aよりやや大
実施例5	製造例5	1	△	0.267	基準Bと同等
実施例6	製造例6	5	○	0.227	基準Bと同等
比較例1	G.C #800	—	×	0.227	基準A
比較例2	G.C #4000	—	×	0.260	基準B

(6)

## 【0032】【第2表の脚注】

\* 1：再浮上性は、試料ビン中に、砥粒30重量%に調製した試料を入れ、激しく振動させたのち、30分間静置させ、その後、試料ビンを反転させ、再度分散状態にすることの難易度で評価した。

○：容易に再浮上できる。

△：再浮上は可能。

×：強固に凝集。

\* 2：相対摩耗=実施例1～4については、比較例1（基準A）との相対評価を示した。また、実施例5～6については、比較例2（基準B）との相対評価を示した。

【0033】第2表の結果から、ポリエチレン樹脂を被覆した砥粒は、再浮上性に優れると共に、相対摩耗量が大きく、研削性にも優れることが分かる。

## 【0034】実施例7～10

砥粒として、何らの処理を施していない炭化ケイ素

（G. C # 800、昭和電工製）と、製造例2で得られたポリエチレン樹脂被覆砥粒（ポリエチレン樹脂の被覆率5重量%）との混合物を用い、かつ、砥粒中におけるポリエチレン樹脂被覆砥粒の混合割合を、5重量%（実施例7）、10重量%（実施例8）、20重量%（実施例9）、55重量%（実施例10）としたこと以外は、実施例2と同様にして切削・研磨液を得、得られた切削・研磨液について、分散性と沈降後の再浮上のしやすさを評価した。またパウデン試験により、摩擦係数と水晶ランバートの摩耗痕を調べ、相対摩耗により評価した。結果を、処理を施していない炭化ケイ素（G. C # 800、昭和電工製）を砥粒として用いた場合（比較例1）の結果と共に、第3表に示す。なお、再浮上性と相対摩耗は、第2表の脚注に記載した方法と同様にして評価した。

## 【0035】

【表3】

第3表

番号	使用した砥粒	PE被覆量(wt%)	PE被覆砥粒比率wt%	再浮上性*1	沈降時間	摩擦係数	相対摩耗*2
比較例1	G.C # 800	—	—	×	15分	0.227	基準A
実施例7	製造例2	5	5	△	10分	0.232	基準Aと同等
実施例8	製造例3	5	10	△	10分	0.237	基準Aより大
実施例9	製造例4	5	20	○	8分	0.227	基準Aより大
実施例10	製造例5	5	55	○	6分	0.235	基準Aより大

【0036】第3表の結果から、ポリエチレン樹脂を被覆した砥粒の比率が5重量%から再浮上性の改善効果が認められ、20重量%以上は良好な再浮上性を示すことが分かる。

## 【0037】

【発明の効果】本発明の切削用又は研磨用ポリオレフィン樹脂被覆砥粒は、これを切削・研磨液として使用したときに、強固な凝集が防止されており、再浮上性が良好なものである。しかも、本発明の切削用又は研磨用ポリオレフィン樹脂被覆砥粒によれば、これをワイヤーソー加工装置やブレードソー加工装置において使用したときに、ワイヤーやブレードの消耗を少なくすることができます。従って、本発明の切削用又は研磨用ポリオレフィン樹脂被覆砥粒は、精密加工、電子部品（水晶振動子、フィルター等）等の分野において有効に利用することができる。

【0038】なお、本発明の各種態様を示すと、以下の通りである。

（1）砥粒表面に、可溶化触媒を用いてオレフィンを重合により被覆させてなる切削用又は研磨用ポリオレフィン樹脂被覆砥粒。

【0039】（2）ポリオレフィン樹脂被覆砥粒における砥粒の比率が、0.5～70重量%である前記

（1）記載の切削用又は研磨用ポリオレフィン樹脂被覆砥粒。

【0040】（3）ポリオレフィン樹脂の重量平均分子量が、1～200万のものである前記（1）記載の切削用又は研磨用ポリオレフィン樹脂被覆砥粒。

【0041】（4）砥粒が、炭化ケイ素（SiC）、炭化タンゲステン（WC）、炭化チタン（TiC）、炭化クロム（Cr<sub>3</sub>Cr<sub>2</sub>）、窒化ケイ素（Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>）、窒化チタン（TiN）及びアルミナよりなる群から選ばれた1種以上のものである前記（1）記載の切削用又は研磨用ポリオレフィン樹脂被覆砥粒。

【0042】（5）前記（1）記載のポリオレフィン樹脂被覆砥粒を用いた切削・研磨方法。

【0043】（6）前記（1）記載の切削用又は研磨用ポリオレフィン樹脂被覆砥粒を含む砥粒と、鉛油とからなる切削・研磨液。

【0044】（7）鉛油が、40℃の温度における動粘度が0.2～50センチストークス（cSt）のものである前記（6）記載の切削・研磨液。

(7)

【0045】(8) 切削用又は研磨用のポリオレフィン樹脂被覆砥粒の配合割合が、切削・研磨液中の1~60重量%である前記(6)記載の切削・研磨液。

---

フロントページの続き

(51) Int.Cl. 6 識別記号 庁内整理番号 F I 技術表示箇所  
C 0 9 C 3/10 P B Y

(72) 発明者 磯中 輝己  
東京都千代田区丸の内三丁目1番1号 出  
光興産株式会社内